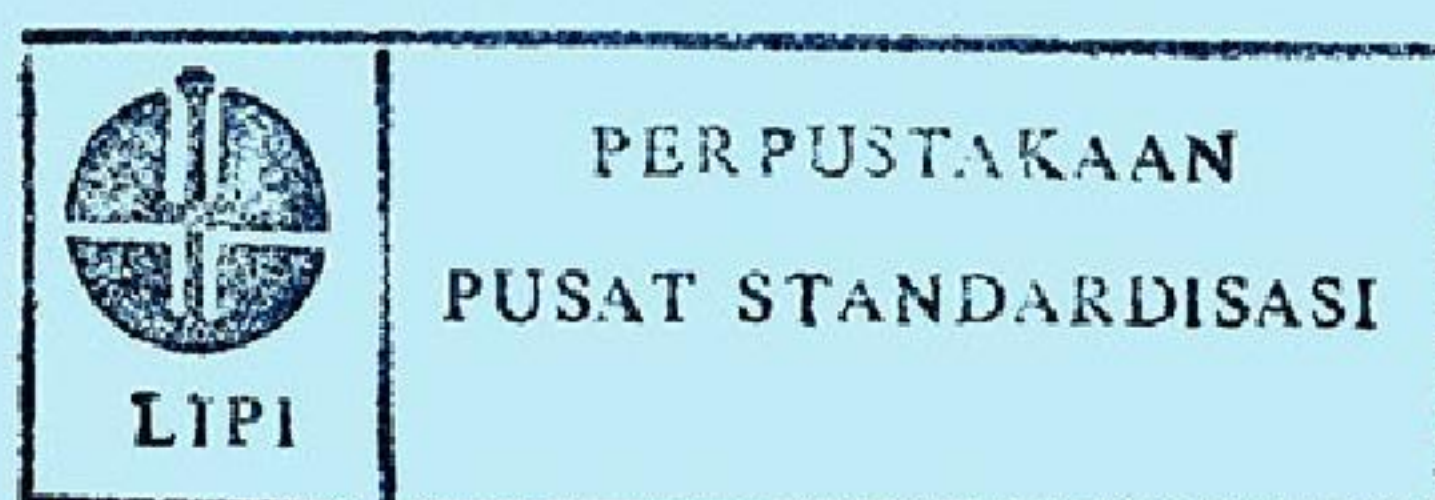
STANDAR NASIONAL INDONESIA

SNI 06 - 1137 - 1989

UDC 543.3 : 546.47

CARA UJI
KADAR SENG DALAM AIR

DEWAN STANDARDISASI NASIONAL - DSN

Berdasarkan usulan dari Departemen Perindustrian
standar ini disetujui oleh Dewan Standardisasi Nasional
menjadi Standar Nasional Indonesia dengan nomor :

SNI 06 - 1137 - 1989

DAFTAR ISI

CARA UJI KADAR SENG DALAM AIR

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara uji kadar seng dalam air.

2. CARA UJI

Penentuan kadar seng dalam air dapat dilakukan dengan salah satu dari 3 cara uji berikut :

Cara "Ditizon" Kolorimetri
Batas konsentrasi 0,001 - 0,005 mg seng.
Cara spektrofotometri serapan atom, langsung.
Batas konsentrasi 0,01 - 2,0 mg/liter seng.
Cara spektrofotometri serapan atom, chelat-ekstraksi.
Batas konsentrasi 1 - 200 g/liter seng.

Terhadap contoh air diduga mengandung kadar seng tinggi, harus dilakukan pengenceran, sehingga dapat termasuk dalam batas konsentrasi masing-masing penentuan cara uji tersebut.

2.1 Cara "Ditizon" Kolorimetri

2.1.1 Prinsip

Ion seng dalam suasana asam pada pH 4 - 5,5 ,bereaksi dengan ditizon dan larutkan dalam CCl_4 sehingga membentuk kompleks seng ditizonat yang berwarna merah.
Warna yang terbentuk ini dibandingkan terhadap baku secara spektrofotometri pada panjang gelombang 535 nm atau 620 nm.

2.1.2 Gangguan

- zat-zat oksidator
- Bismut
- Kadmium
- Tembaga
- Timbal
- Nikel
- Kobal
- Raksa
- Perak
- Palladium

2.1.3 Peralatan

- Spektrofotometer yang bekerja pada panjang gelombang 535 nm atau 620 nm atau filterfotometer warna hijau atau filterfotometer warna merah yang mempunyai transmisi maksimum 620 nm.
  Kuvet yang mempunyai ketebalan tembus cahaya 2 cm.
- pH meter
- Tabung Nassler
- Corong pemisah 125 ml
- Labu ukur
- Pipet volumetri
- Alat-alat gelas lainnya
  Semua alat-alat gelas yang akan dipakai harus dibersihkan dengan HNO_3 (1 + 1), kemudian dibilas sampai bersih dengan air bebas seng.

2.1.4 Pereaksi

Semua pereaksi dan air suling yang dipakai relatip bebas seng.

2.1.4.1 Larutan sediaan seng baku

Larutkan 0,1000 g logam seng murni dengan kehalusan 30 mesh dalam ± 1 ml HCl (1 + 1) pada labu ukur 1 liter dan encerkan dengan air suling sampai tanda batas.

2.1.4.2 Larutan siapan seng baku

10,0 ml larutan sediaan seng baku dalam labu ukur 1 liter, encerkan dengan air suling sampai tanda batas.
1 ml = 0,001 mg Zn.

2.1.4.3 HCl 0,02 N

Encerkan 1,0 ml HCl pekat sampai 600 ml dengan air suling.

2.1.4.4 Natrium asetat 2 N

Larutan 68 g Na $C_2H_3O_2.3H_2O$ dengan air suling sampai 250 ml.

2.1.4.5 Asam asetat (1 + 7).

2.1.4.6 Larutan penyangga asetat

Campurkan larutan natrium asetat 2 N dan asamkan asetat (1 + 7) dengan jumlah yang sama.
Ekstraksi beberapa kali dengan 10 ml larutan ditizon 1 sampai warna ekstrak terakhir tetap hijau dan bersihkan dengan Ccl_4.

2.1.4.7 Larutan natrium tiosulfat

Larutan 25 g $Na_2S_2O_3.5H_2O$ dalam 100 ml air suling. Ekstraksi dengan cara 2.4.6.

2.1.4.8 Larutan ditizon I

Larutan 0,10 g difeniltiokarbazon dalam 1 liter CCl_4. Simpan dalam botol bertutup asah, warna coklat dan di tempat dingin.
Bila larutan telah disimpan cukup lama, sebelum digunakan coba periksalah sebagai berikut :
Kocok 10 ml ditizon dengan 10 ml NH_4 OH (1 + 99), bila lapisan CCI_4 hanya sedikit kuning, pereaksi masih baik.

2.1.4.9 Larutan ditizon II

Encerkan larutan ditizon I dalam CCI_4 dengan perbandingan 1:9. Simpan dalam botol bertutup asah, warna coklat dan di tempat dingin (larutan ini tahan beberapa minggu).

2.1.4.10 Karbon tetraklorida (CCI_4)

2.1.4.11 Larutan natrium sitrat

Larutan 10 g $Na_3C_3H_5O_7.2H_2O$. dalam 90 ml air suling dan ekstraksi dengan cara 2.4.6.
Larutan ini digunakan dalam pencucian akhir alat-alat gelas.

2.1.5 Prosedur

2.1.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi seng baku

Ke dalam beberapa buah corong pemisah 125 ml, masukkan 1,00; 2,00;

3,00; 4,00; 5,00 ml larutan siapan seng baku. Tambahkan air suling ke dalam masing-masing corong pemisah sampai volume larutan menjadi 10 ml Pada corong pemisah lainnya masukkan 10 ml air suling sebagai blangko.
Ke dalam masing-masing corong tambahkan 5 ml larutan penyangga asetat dan 1 ml larutan natrium tiosulfat dan kocok (pH harus antara 4 -- 5,5).
Ke dalam masing-masing corong tambahkan 10,0 ml larutan ditizon II tutup dan kocok dengan kuat selama 4 menit.

- Biarkan lapisan terpisah, keringkan ujung corong dan pisahkan larutan seng ditizonat yang berwarna merah ke dalam kuvet atau tabung Nessler.
- Tetapkan dalam waktu 15 menit secara spektrofotometri pada panjang gelombang 535 nm.
- Buat kurva kalibrasi baku atau bandingkan baku dengan contoh secara visual dengan tabung Nessler.

Variasi warna larutan seng ditizon :

Seng (μg)	W a r n a
0 (blangko)	hijau
1	biru
2	biru-violet
3	violet
4	merah violet
5	merah violet
$>$ 5	merah

2.1.5.2 Penetapan contoh

Jika kandungan seng pada contoh tidak pada jarak ukur optimum, encerkan dengan air suling atau pekatkan dalam cawan silika dan uapkan sampai kering, untuk menghilangkan kelebihan asam.

- Larutkan residu dengan penambahan sedikit HCl (1 + 1) dan atur pH larutan menjadi 2 3 dengan pH meter.
- Pindahkan secara kuantitatip ke dalam corong pemisah 125 ml. Lanjutkan pengerjaan sama dengan butir 2.1.5.1.

2.1.5.3 Pengukuran

Sebelum dilakukan pengukuran, volume akhir contoh, baku dan blangko harus sama.

Pengukuran secara visual

1) Gunakan tabung Nessler yang sejenis dengan ukuran yang sama, bersih dan kering.
2) Tempatkan beberapa buah tabung Nessler pada sebuah rak dengan dasar yang putih dan terang.
3) Pindahkan secara kuantitatip larutan blangko, baku dan contoh ke dalam tabung Nessler.
4) Bandingkan warna contoh terhadap blangko dan baku 2.1.5.1.
5) Hitung kadar seng dari contoh dalam mg/liter.

- Pengukuran secara spektrofotometri

1) Gunakan alat spektrofotometer atau filterfotometer yang bekerja pada panjang gelombang 535 nm untuk larutan seng ditizonat yang

berwarna merah atau pada panjang gelombang 620 nm untuk larutan seng ditizonat yang berwarna hijau dan gunakan kuvet yang mempunyai ketebalan tembus cahaya 2 cm.

2) Atur fotometer pada 100 % transmitan terhadap blangko sebagai pembanding jika panjang gelombang 535 nm yang dipilih. Jika digunakan panjang gelombang 620 nm, atur blangko pada 10%.
3) Tetapkan harga serapan contoh dan masing-masing standar pada panjang gelombang 535 nm atau 620 nm.
4) Hitung kadar seng dalam mg/liter terhadap kurva kalibrasi baku.

2.1.6 Perhitungan

Cara visual

$$\text{Zn (mg/liter)} = \frac{\text{ml baku x mg baku x 1000}}{\text{ml contoh}}$$

2.1.7 Ketelitian dan ketepatan

Ketelitian dengan cara ini pada kadar seng lebih rendah dari 0,9 mg/liter ± 0,02 mg/liter dan ketepatan ± 0,07 mg/liter.

2.2 Cara Spektrofotometri Serapan Atom, Langsung

2.2.1 Prinsip

Seng yang terlarut ini ditentukan dengan menyalurkan contoh yang telah disaring. Seng total yang dapat diperoleh kembali ditentukan dengan menyalurkan contoh yang telah dicerna dengan HCl - HNO_3 dan disaring.

2.2.2 Gangguan

- Bila ada Fe dengan konsentrasi 100 mg/liter atau lebih besar ini akan menahan serapan seng.
- Sodium, potasium, sulfat dan khlorida (masing-masing 9000 mg/liter), kalsium dan magnesium (masing-masing 4000 mg/liter).
  Nitrat (2000 mg/liter), kadmium, timbal, tembaga, nikel, kobalt dan kromium (masing-masing 10 mg/liter), tidak mengganggu.
- Jika konsentrasi seng rendah, maka untuk ini sebaiknya dipakai metoda spektrofometri serapan atom, chelat ekstraksi.

2.2.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom, 213,8 nm
- Sumber cahaya seng :
  Lampu "hollow-cathode", multi elemen atau lampu "elektroda-less-discharge".
  Pengoksid
  Udara yang telah dilewatkan melalui saringan ini untuk mengeluarkan minyak, air dan bahan asing yang lain.
  Bahan bakar
  Gas asetilena
- Katup pengurang tekanan

2.2.4 Pereaksi

2.2.4.1 HCl pekat, p.a. (Bj. 1,19)

2.2.4.2 HNO_3 pekat, p.a. (Bj. 1,42)

2.2.4.3 HNO_3 (1 + 499)

2.2.4.4 Larutan sediaan seng

Larutkan 1,245 g seng oksida (ZnO) dalam campuran 10 ml HNO_3 dan 10 ml air. Encerkan dengan air sampai 1 liter. (1 ml = 1,0 mg Zn).

2.2.4.5 Larutan baku seng

Encerkan 100 ml larutan sediaan seng sampai 1 liter dengan HNO_3 (1 + 499). 1 ml = 0,1 mg Zn.

2.2.5 Prosedur

2.2.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi baku seng

- Siapkan masing-masing 100 ml, blanko dan paling sedikit 4 larutan sediaan baku pada daerah konsentrasi seng yang diharapkan dari contoh yang dianalisa, dengan melarutkan larutan sediaan baku seng dengan HNO_3 (1 + 499). Siapkan baku tiap kali akan digunakan.
- Untuk penentuan seng total yang dapat diperoleh dengan menambahkan 0,5 ml HNO_3 (Bj 1,42) dan lanjutkan sesuai butir berikut. Untuk penentuan seng yang terlarut lanjutkan sesuai butir berikut.
- Salurkan (aspirate) larutan blangko dan larutan baku dan catat pembacaan instrumen. Salurkan HNO_3 (1 + 499) setiap kali penentuan antara larutan baku.
- Buat kurva kalibrasi standar seng.

2.2.5.2 Penetapan contoh

- Ukur 100 ml contoh yang telah diasamkan ke dalam gelas piala 125 ml.
- Tambahkan 5 ml HCl (Bj. 1,19) pada masing-masing contoh.
- Panaskan contoh di atas penangas uap atau penangas listrik dalam ruangan asam, sampai isi larutan berkurang 15 – 20 ml, dan usahakan contoh jangan sampai mendidih.
- Dinginkan dan saring contoh dengan kertas saring halus (bebas abu) ke dalam labu takar 100 ml.
- Cuci kertas saring 2 atau 3 kali dengan air dan encerkan sampai tanda batas.
- Salurkan masing-masing contoh dan catat pembacaan instrumen pada 213,8 nm. Salurkan HNO_3 (1 + 499) setiap kali penentuan antara contoh-contoh.

2.2.6 Perhitungan

Hitung konsentrasi seng dalam contoh, dengan menggunakan kurva kalibrasi.

2.3 Cara Spektrofotometri Serapan Atom, Chelat-Ekstraksi

2.3.1 Prinsip

Seng yang terlarut dan seng total yang dapat diperoleh kembali dichelat dengan pirolidin asam ditiokarbamat dan diekstrak dengan kloroform.
Hasil ekstraksi diuapkan sampai kering, dengan HCl panas dan encerkan dengan air. Hasilnya disalurkan ke dalam nyala udara asetilena dari spektrofotometer.

2.3.2 Gangguan

Sesuai butir 2.2.2

2.3.3 Peralatan

Sesuai butir 2.2.3

2.3.4 Pereaksi

2.3.4.1 Larutan indikator bromfenol biru

Larutkan 0,1 g bromfenol biru dalam 100 ml etanol atau isopropanol.

2.3.4.2 Kloroform ($CHCl_3$)

2.3.4.3 HCl pekat, p.a. (Bj. 1,19)

2.3.4.4 HCl (1 + 2)

2.3.4.5 HCl (1 + 49)

2.3.4.6 HNO_3 pekat, p.a. (Bj. 1,42)

2.3.4.7 Reagen pirolidin asam ditiokarbomat-khloroform, tambahkan 36 ml pirolidin sampai 1 liter dengan $CHCl_3$. Dinginkan larutan dan tambahkan 30 ml CS_2 sedikit demi sedikit sambil diaduk. Reagen ini dapat digunakan untuk beberapa bulan jika disimpan di tempat yang dingin dan gelap. Semua bahan bersifat racun, jadi pembuatan larutan di tempat ruang asam.

2.3.4.8 Larutan NaOH (100 g/liter)

Larutan 100 g NaOH dalam air sampai 1 liter.

2.3.4.9 Larutan sediaan seng (1,0 ml = 1,0 mg Zn) lihat 2.2.4.4.

2.3.4.10 Larutan baku seng (1,0 ml = 1,0 μg Zn)

Sebelum digunakan, encerkan 10 ml larutan seng dengan 1 ml HNO_3 sehingga menjadi 1 liter.
Baku ini digunakan untuk persiapan pengerjaan baku pada waktu analisa.

2.3.5 Prosedur

2.3.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi baku seng

Siapkan blangko dan seng baku yang mengandung dari 0,0 - 20,0 g Zn dengan pengenceran 0,0 20,0 ml bagian dari larutan seng baku 2.3.4.11 sampai 100 ml air.
Untuk penentuan seng total yang dapat diperoleh kembali gunakan gelas piala 125 ml, tambahkan 0,5 ml HNO_3 (Bj. 1,42) dan lanjutkan sesuai butir berikut.
Untuk penentuan seng yang terlarut gunakan corong pemisah 250 ml dan lanjutkan sesuai butir berikut.
buat kurva kalibrasi.

2.3.5.2 Penetapan contoh

Ukur sejumlah contoh yang telah diasamkan, yang berisi lebih kecil dari 20 g Zn (maksimum 100 ml) ke dalam gelas piala 125 ml dan atur volume sampai 100 ml dengan air.

Catatan :
Jika hanya penentuan seng yang terlarut ukur sejumlah contoh yang telah diasamkan yang berisi lebih kecil dari 20,0 g Ni (maksimum 100 ml) ke dalam corong pemisah 250 ml.
Tambahkan 5 ml HCl (Bj. 1,19) pada masing-masing contoh.
Panaskan contoh di atas penangas uap atau penangas listrik dalam ruangan asam sampai isi larutan berkurang 15 20 ml dan usahakan contoh jangan sampai mendidih.
Dinginkan dan saring contoh dengan kertas aring halus (bebas abu) ke

dalam corong pemisah 250 ml cuci kertas saring 2 atau 3 kali dengan air dan buat sampai isi larutan kira-kira 100 ml.
Tambahkan 2 tetes indikator bromfenol biru dan aduk.
Atur pH dengan penambah larutan NaOH (100 g/liter) sampai warna biru tetap. Tambahkan HCl (1 + 49) tetes demi tetes sampai warna biru hilang. kemudian tambahkan 2,5 ml HCl (1 + 49) sampai berlebihan.
Tambahkan 10 ml pirolidin asam ditiokarbomat kloroform dan kocok selama 2 menit.

Sumbat ujung corong pemisah dengan katun, biarkan sampai terpisah dan keluarkan fasa kloroform ke dalam gelas piala 100 ml.

- Ulangi ekstraksi dengan 10 ml kloroform ke dalam gelas piala yang sama.

Catatan :
Jika warna masih ada dalam $CHCl_3$, ekstrak lagi larutan berair sampai lapisan $CHCl_3$ tidak berwarna.

Tempatkan gelas piala di atas asbes penangas listrik dengan panas yang rendah dan uapkan sampai kering. Lakukan di ruang asam.

- Pegang gelas piala dengan sudut 45^{o} dan pelan-pelan tambahkan tetes demi tetes 2 ml HNO_3 (Bj. 1,42) putar-putar gelas piala agar asam mengenai residu.

Tempatkan gelas piala di atas asbes penangas listrik dengan panas yang rendah dan uapkan sampai kering.
Tambahkan 2 ml HCl (1 + 2) dan panaskan sambil diputar-putar selama 1 menit.

- Dinginkan dan pindahkan larutan secara kuantitatip ke dalam labu takar 10 ml dan encerkan dengan air suling.
- Salurkan masing-masing contoh dan catat pembacaan instrumen pada 213,8 nm.

Perhitungan
Tentukan berat seng dengan kurva kalibrasi.
Konsentrasi Zn dalam μg/liter.

Zn, g/liter = (1000/A) x B

A = Volume contoh, ml
B = Berat seng dalam contoh, μg.